

UNIVERSITÉ DE NANCY

FACULTÉ DES SCIENCES

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

POUR OBTENIR

le grade d'Ingénieur-Docteur

PAR

GÉRARD DONZE

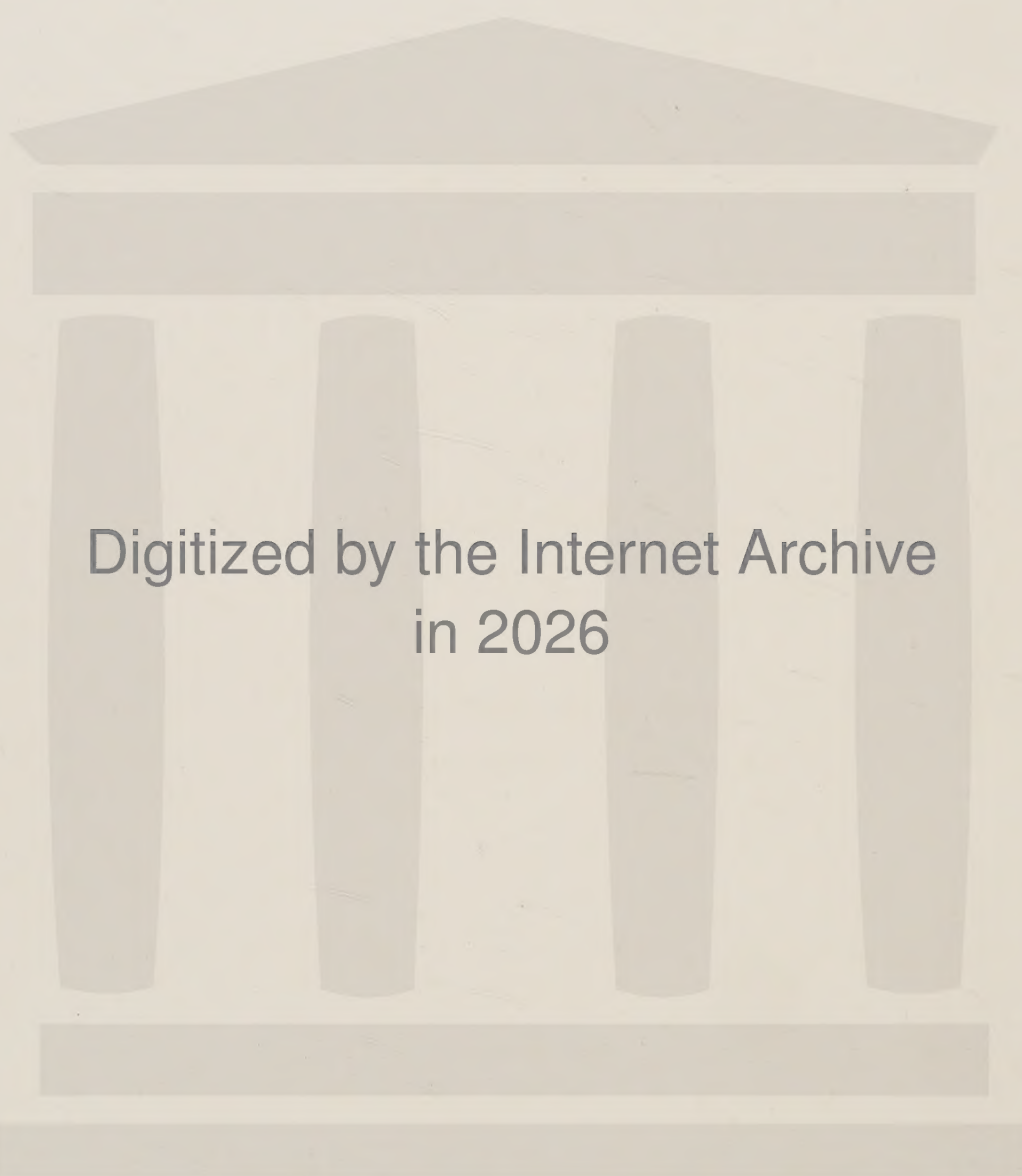
Ingénieur Civil de la Métallurgie et des Mines

- 1^{re} THÈSE** — Contribution à l'étude structurale et cinétique de la transformation lente d'un cristal de fer alpha ou d'uranium alpha.
- 2^e THÈSE** — PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ.
Macles mécaniques et macles de transformation.

SOUTENUES LE 17 DÉCEMBRE 1958 DEVANT LA COMMISSION D'EXAMEN

MM. H. GUÉRIN, Président.

J. BOLFA }
R. FAIVRE } Examineurs.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41555808_0032

UNIVERSITÉ DE NANCY

FACULTÉ DES SCIENCES

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

POUR OBTENIR

le grade d'Ingénieur-Docteur

PAR

GÉRARD DONZE

Ingénieur Civil de la Métallurgie et des Mines

- 1^{re} THÈSE** — Contribution à l'étude structurale et cinétique de la transformation lente d'un cristal de fer alpha ou d'uranium alpha.
- 2^e THÈSE** — PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ.
Macles mécaniques et macles de transformation.

SOUTENUES LE 17 DÉCEMBRE 1958 DEVANT LA COMMISSION D'EXAMEN

MM. H. GUÉRIN, Président.
J. BOLFA }
R. FAIVRE } Examineurs.



A MON MAITRE

*Monsieur le Professeur René FAIVRE
Directeur Scientifique de l'Ecole Nationale Supérieure
de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines*

Hommage respectueux

A MES PARENTS

A MA FEMME

A MON FILS

Témoignage de reconnaissance et d'affection.

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

Doyen : M. URION.

Assesseur : M. ECHEVIN.

Doyens honoraires : MM. HUSSON, CORNUBERT, DELSARTE.

Professeurs honoraires : MM. DARMOIS E., GUTTON, CROZE, DARMOIS G.,
RAYBAUD, FALLOT, LAFFITTE, LERAY, HUSSON, DONZELOT,
JOLY, LAPORTE, EICHHORN, CAPELLE, GODEMENT,
DUBREIL, SCHWARTZ, DIEUDONNÉ, de MALLEMANN, LONG-
CHAMBON, OLMER, DODE, GAUTHIER.

Maitres de conférences honoraires : MM. RAUX, LIENHART.

PROFESSEURS

CORNUBERT. Chimie organique
CHEVALLIER. Physique.
URION. Chimie biologique.
DELSARTE. Analyse supérieure.
RÉMY. Zoologie.
ROUBAULT. Géologie.
GUÉRIN. Chimie industrielle.
VEILLET. Biologie animale.
ECHEVIN. Botanique.
WAHL. Chimie org. industr.
BARRIOL. Chimie théorique.
BIZETTE. Physique.

GUILLIEN. Electronique.
GIBERT. Chimie physique.
HERVÉ. Calcul diff. et intégral.
LEGRAS. Mécanique rationnelle.
DAVID. Chimie biologique.
BOLFA. Minéralogie.
NICLAUSE. Chimie.
FAIVRE. Physique Appliquée.
AUBRY. Chimie minérale.
COMOLET. Mécanique Physique.
DUVAL. Génie chimique.
COPPENS. Radiologie.

MAITRES DE CONFÉRENCES

WERNER. Botanique.
FRUHLING. Radiotechnique.
GAYET. Physiologie.
MANGENOT. Phytopathologie.
LIONS. M.M.P.
GARNIER. Agronomie.
BRUHAT. Mathématique génér.
SADRAN. Géochimie.
CHAPON. Chimie biologique.
HADNI. Physique
Mme ROIZEN. Physique.

HILLY. Géologie de la Lorraine.
MALAPRADE. Chimie.
REGNIER. Chimie minérale.
LE GOFF. Génie chimique.
KERN. Minéralogie.
WEPPE. Minéralogie appliquée.
LERMUSIAUX. Physique.
BERNARD. Géologie.
ARAGNOL. Mathématiques (propéd.).
BONVALET. Mécanique appliquée.
N. Chimie.
N. Physique théorique et nucléaire.

Secrétaire : M. LAPOINTE

Nous prions Monsieur René FAIVRE, professeur à la Faculté des Sciences, Directeur du Laboratoire de Physique de l'État Métallique, Directeur Scientifique de l'École Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines, de bien vouloir accepter l'expression de notre reconnaissance pour la direction qu'il a donnée à nos travaux et pour l'intérêt qu'il nous a toujours témoigné.

Nous remercions également Messieurs les Professeurs GUÉRIN et BOLFA qui ont accepté de faire partie de notre Jury d'examen.

Nous exprimons toute notre reconnaissance au Commissariat à l'Énergie Atomique pour l'aide matérielle qui nous a permis de réaliser ce travail de Doctorat.

Nous tenons à remercier nos camarades du Laboratoire de l'État Métallique et plus particulièrement Monsieur BIGOT.

Tout le travail photographique et micrographique de cette thèse a été réalisé par Monsieur BAUMANN que nous remercions vivement.

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE STRUCTURALE ET CINÉTIQUE DE LA TRANSFORMATION LENTE D'UN CRISTAL DE FER ALPHA OU D'URANIUM ALPHA

INTRODUCTION

Dans ce travail, nous avons effectué une étude comparée des transformations allotropiques $\alpha \rightleftharpoons \gamma$ du fer et $\alpha \rightleftharpoons \beta$ de l'uranium qui s'effectuent toutes deux suivant le même processus de germination et de croissance. Cette comparaison s'est révélée très fructueuse. Le même problème peut se présenter sous des aspects très différents selon qu'il est traité sur un métal ou sur l'autre. Parfois, son étude expérimentale, inextricable dans le cas d'un métal, se révèle très facile dans le cas de l'autre. Pour un autre problème, la situation peut être inversée. L'étude simultanée des deux métaux est alors infiniment plus efficace que ne pourrait l'être la somme de deux études séparées. Ces observations s'appliquent particulièrement bien au fer et à l'uranium. L'étude structurale est très féconde dans le cas du fer grâce à la possibilité de saisir la texture de la phase de haute température à l'aide d'une pellicule d'oxyde épitaxiale et à la simplicité des clichés de Laue en retour. Par contre l'étude cinétique est plus précise dans le cas de l'uranium parce que les phénomènes sont beaucoup plus nets. D'autre part, l'anisotropie de dilatation de l'uranium α rend l'analyse thermodilatométrique sensible aux changements d'orientation des cristaux.

Afin de simplifier les problèmes structuraux que posent les transformations allotropiques, nous avons effectué la majeure partie de cette étude sur des cristaux uniques. Nous avons mis en évidence un phénomène de régénération d'un cristal unique légèrement impur de fer α par conservation de germes de fer α dans le fer γ . Nous avons retrouvé le même phénomène dans le cas de l'uranium et nous pensons que la liste des métaux et des minéraux, légèrement impurs, présentant cette même propriété n'est pas définitivement close. Signalons que Bibring et Sebillieu dans le cas du cobalt, Frondel, Armstrong et Zinserling dans le cas du quartz ont décrit des phénomènes analogues.

Afin de mettre en évidence d'une façon plus claire les analogies et les différences qui se présentent entre le fer et l'uranium, chacun des aspects des phénomènes sera exposé dans un seul paragraphe pour ces deux métaux.

Ce travail sera divisé en trois parties :

Chap. I. — Appareillage et méthodes.

Chap. II. — Régénération de cristaux uniques de fer α et d'uranium α , par conservation de germes, au cours des transformations allotropiques $\alpha \rightleftharpoons \gamma$ du fer et $\alpha \rightleftharpoons \beta$ de l'uranium.

Chap. III. — Macles de transformation de fer α et de fer γ .

CHAPITRE PREMIER

APPAREILLAGE ET MÉTHODES

I. — Dilatomètre

La très grande affinité de l'uranium et du fer pour l'oxygène exige que leur étude aux températures élevées se fasse sous un vide poussé. D'autre part, l'élaboration à la surface du fer d'une couche d'oxyde épitaxique permettant de saisir la texture de ce métal à haute température oblige fréquemment à opérer sous pression réduite. C'est pourquoi nous avons étudié les transformations allotropiques du fer et de l'uranium au moyen d'un dilatomètre Chévenard à enregistrement photographique modifié de manière à maintenir les éprouvettes sous vide (figures 1 et 2). La tête du dilatomètre différentiel (5) est enfermée dans une enceinte métallique munie d'une fenêtre de verre (7), d'un passage de couple (4) et d'un tube à décharge (6). Un tube de silice (2) est fixé par de l'araldite à cette enceinte et enveloppe la partie du dilatomètre qui est chauffée. Un tube d'acier de gros diamètre sert à la fois de support à l'appareil et de conduite de vide secondaire. La pompe secondaire (13) est suspendue à ce tube ; une vanne (12) et un by-pass (11) permettent d'isoler la pompe secondaire et de réaliser un vide primaire dans l'appareil au moyen de la pompe à palette. Un tube de refroidissement (10) à circulation d'eau condense les vapeurs d'huile venant de la pompe secondaire et améliore ainsi le vide qui atteint 10^{-5} mm. de mercure.

La cage photographique (8) est munie d'un cylindre enregistreur (9). Le four à programme (1) permet de réaliser des chauffages et des refroidissements à une vitesse parfaitement constante de 2°C/h au minimum. Dans ces conditions, de faibles différences de température sont mesurées de façon précise par l'intermédiaire des intervalles de temps correspondants.

Pour réaliser un gradient de température dans l'échantillon, il suffit de mettre un tube d'acier autour des tubes de silice supportant l'éprouvette et l'étalon ; une extrémité de ce tube d'acier arrive au niveau de l'éprouvette et l'autre extrémité est refroidie au moyen d'un serpentin à circulation d'eau (3). La valeur du gradient peut être modifiée en faisant varier la position relative du four, du tube, d'acier et du serpentin.

Pour réaliser une pellicule d'oxyde épitaxique, on oxyde l'éprouvette en introduisant de l'air sous pression réduite dans l'enceinte du dilatomètre. Dans le cas du fer, cette pellicule est très stable et se conserve au cours du refroidissement (Bénard et Bardolle 1951). L'éprouvette se trouve au fond d'un tube de silice qui n'est ouvert qu'à une extrémité. Si l'on ne prend aucune précaution on obtient une couche d'oxyde plus épaisse du côté de l'ouverture de ce tube à travers laquelle s'effectue l'entrée de l'air. Afin de tourner cette difficulté, nous effectuons plusieurs

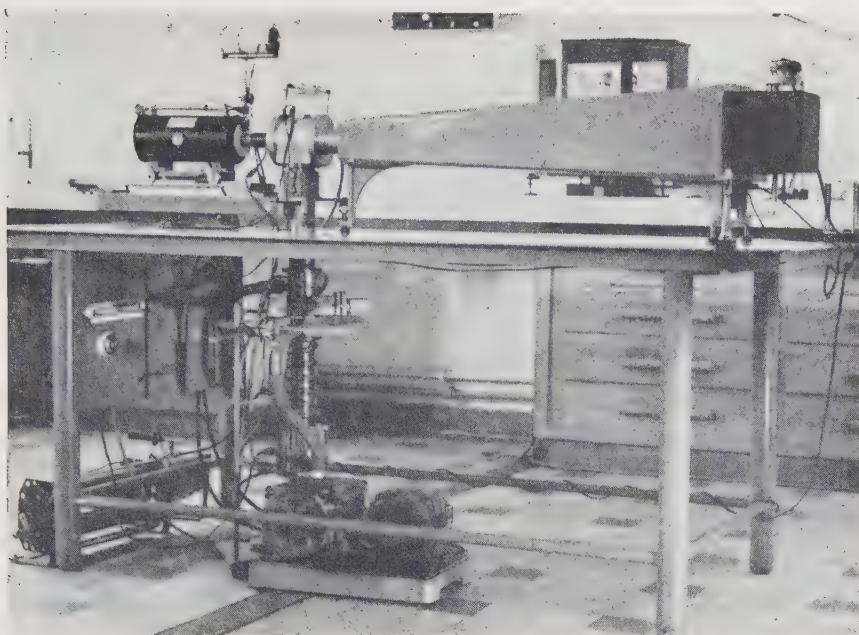


Figure 1. : Dilatomètre Chévenard modifié de manière à maintenir les éprouvettes sous vide ou en atmosphère contrôlée.

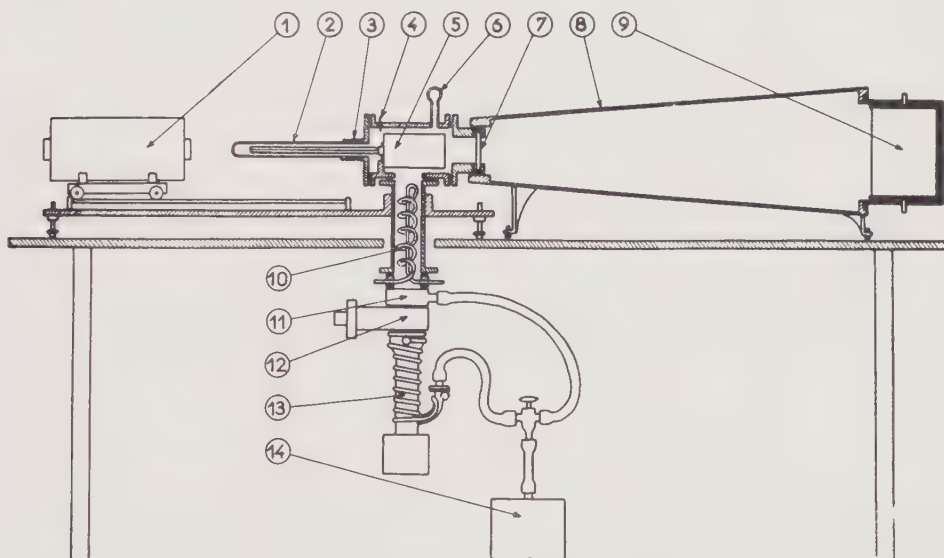


Figure 2 : Schéma du dilatomètre.

1. — Four Chévenard à programme.
2. — Enveloppe de silice étanche au vide.
3. — Serpentin de refroidissement à circulation d'eau.
4. — Passage du couple thermoelectrique.
5. — Tête du dilatomètre.
6. — Tube témoin du vide.
7. — Glace assurant l'étanchéité de l'enceinte contenant la tête du dilatomètre et l'échantillon.
8. — Cage photographique.
9. — Cylindre enregistreur.
10. — Serpentin de refroidissement des vapeurs d'huile de la pompe à diffusion.
11. — By-pass.
12. — Vanne.
13. — Pompe secondaire à diffusion de vapeur d'huile.
14. — Pompe primaire à palette.

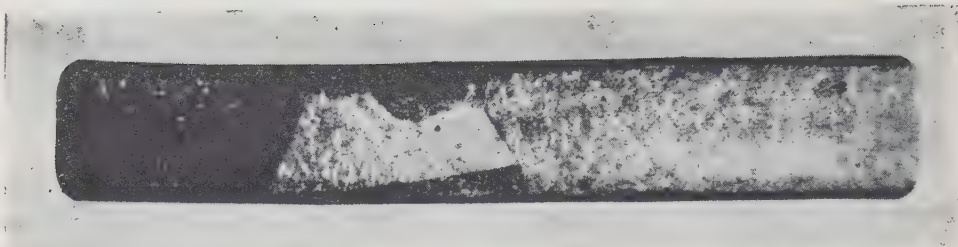


Figure 3 : Pellicule d'oxyde formée au cours de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ d'un cristal unique de fer α dans un gradient de température. On distingue nettement le front de propagation de la transformation séparant la phase γ polycristalline (à gauche) et la phase α , cristal unique (à droite).

entrées d'air successives tout en pompant dans l'enceinte du dilatomètre au moyen de la pompe primaire. Il se produit ainsi un va-et-vient de l'air au niveau de l'éprouvette et on obtient une couche d'oxyde d'épaisseur sensiblement constante. Cette technique nous a permis de résoudre les trois problèmes suivants :

- a) Saisir la texture du fer en phase γ (Fig. 8-17).
- b) Connaître la texture du fer α au moment même de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$. En comparant cette texture de fer α naissant à la texture de l'éprouvette refroidie, on peut voir quel a été l'effet de grossissement de grain dans le haut du domaine α (Fig. 22).
- c) Vérifier que, dans un gradient de température, la transformation progresse régulièrement d'un bout à l'autre de l'éprouvette. Nous avons réalisé dans ce but une pellicule d'oxyde épitaxique à la surface de l'échantillon pendant la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ d'un cristal unique de fer α (Fig. 3).

On distingue nettement le front de croissance de la transformation séparant la phase γ polycristalline et la phase α , cristal unique.

Nous avons essayé sans succès de réaliser une pellicule épitaxique sur l'uranium avec de l'air, de l'oxygène pur et du gaz carbonique. La couche d'oxyde obtenue est toujours uniforme et ne révèle pas la texture du métal.

II. — Préparation de cristaux uniques d'uranium α et de fer α .

1° Ecroissage critique.

Nous avons préparé des cristaux uniques de fer α par écroissage critique suivant la méthode d'Edwards et Pfeil (1924, 1925), à partir de fer ex-carbone fondu sous vide. Les éprouvettes de 50 mm de longueur et de section carrée de 2,5 mm de côté, sont d'abord recuites à 950° C dans un courant d'hydrogène pur et sec, pendant 12 heures environ, afin d'éliminer tout écroissage préliminaire et de purifier le métal. Elles subissent ensuite un écroissage par traction compris entre 2,5 et 3 pour cent. Finalement, elles sont soumises à un recuit de recristallisation à 880° C, pendant un jour, dans un courant d'hydrogène pur et sec. On obtient ainsi des cristaux uniques pouvant occuper toute la longueur de l'éprouvette. Les auteurs de la méthode indiquent que le recuit de recristallisation doit durer trois jours environ. Nous avons constaté cependant qu'il n'y avait plus de grossissement de grains après un jour de recuit.

2° Changement de phase.

Nous avons préparé des cristaux uniques de fer alpha et d'uranium alpha par la méthode du changement de phase. (Mac Keehan 1927, Wassermann 1935, Andrade 1937, Cahn 1953, Lehr 1955). Cette méthode consiste à conduire le changement de phase de manière à ce qu'il débute à une extrémité de l'éprouvette et se propage jusqu'à l'autre extrémité : la partie transformée au début sert de germe

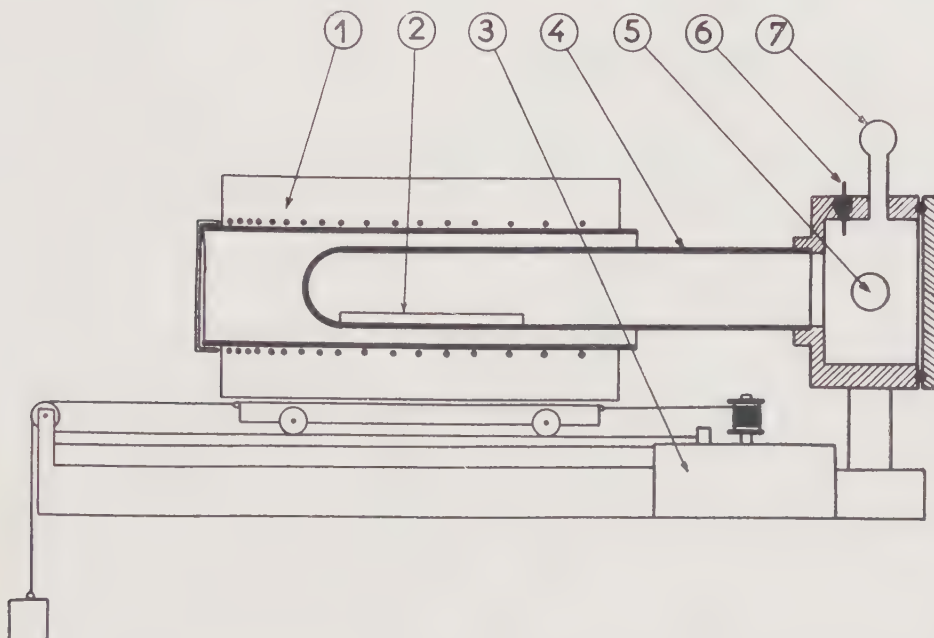


Figure 4 : Schéma de l'appareil servant à la préparation de cristaux uniques de fer alpha et d'uranium alpha par changement de phase.

1. — Four réalisant un gradient de température.
2. — Echantillon.
3. — Moteur synchrone permettant le déplacement du four à une vitesse de 1,5 mm/h
4. — Tube de silice étanche au vide.
5. — Conduite de vide.
6. — Passage du couple thermoélectrique.
7. — Tube témoin du vide.

à la propagation de la transformation. Nous réalisons ces conditions en utilisant un four qui présente un gradient de température longitudinal et se déplace lentement par rapport à l'échantillon à une vitesse constante, dans une direction parallèle à la direction du gradient. L'éprouvette est initialement à une température supérieure à la température de transformation. Comme le four se déplace lentement, l'extrémité la plus froide de l'éprouvette commence à se transformer et la nouvelle phase qui apparaît sert de germe à la transformation. On obtient, par cette méthode, de gros cristaux allongés dans le sens du gradient de température. Ces cristaux peuvent occuper toute la section de l'échantillon. On obtient alors un cristal unique.

Les cristaux uniques formés par changement de phase sont beaucoup moins parfaits que ceux que l'on obtient par écrouissage critique. Ils sont formés de cellules faiblement désorientées les unes par rapport aux autres et les taches de Laue qu'ils donnent sont subdivisées en plusieurs taches élémentaires (Lehr 1957 *b*).

Nous avons utilisé le même appareil pour préparer des cristaux uniques de fer alpha et d'uranium alpha par changement de phase (Fig. 4). Le four (1) possède un enroulement qui impose un gradient de température représenté sur la Figure 5.

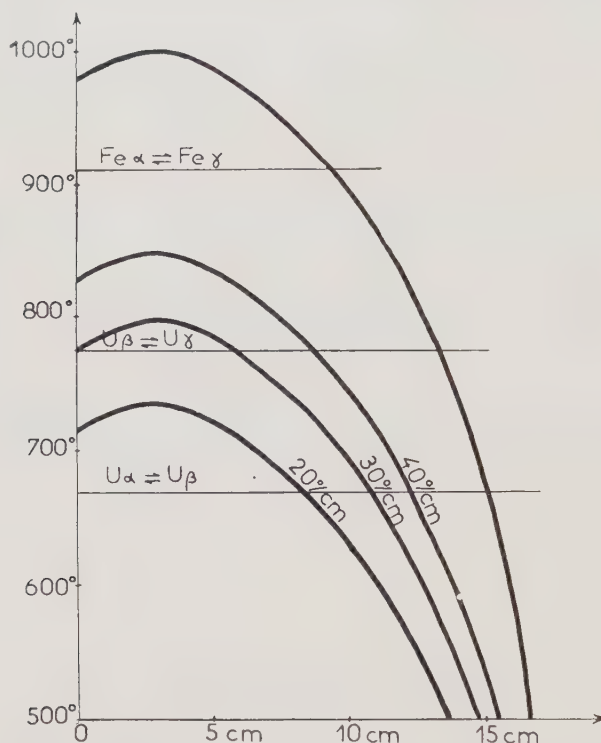


Figure 5 : Répartition de la température dans le four de la figure 4. Chacune des courbes correspond à un réglage particulier de la température moyenne du four.

Sa température moyenne est réglée d'une manière très précise par la dilatation d'une tige de pyros placée dans le four et chauffée indépendamment par un enroulement en série avec celui du four, ce qui réalise une compensation de l'inertie thermique du chauffage. Les éprouvettes (2) sont placées à l'intérieur d'un tube de silice (4) dans lequel on peut faire le vide par la canalisation (5). Le déplacement du four est réglé par le moteur synchrone (3) à une vitesse de 1,5 mm/h. Un passage de couple (6) permet de suivre l'évolution de la température dans l'enceinte.

Pour la fabrication de cristaux uniques de fer alpha très purs, nous avons utilisé du fer ex-carbonyle purifié électrolytiquement par la méthode Talbot-Chaudron (1953). Ces cristaux ont été préparés par changement de phase car la méthode d'écrouissage critique ne convient pas à du fer très pur (Talbot 1957).

Les éprouvettes de fer de 100 mm. de longueur et de section rectangulaire de 2 mm $\times$ 3 mm sont placées dans le tube de silice (4) sous atmosphère d'argon.

Les éprouvettes d'uranium de 50 mm de longueur et de section carrée de 2,5 mm de côté sont scellées sous vide dans de petits tubes de silice pour éviter toute oxydation. Ces tubes sont placés dans l'appareil dans lequel on maintient une pression de 10^{-3} mm. de mercure. L'extrémité la plus chaude de l'éprouvette d'uranium ne doit pas dépasser 800 °C, température au-dessus de laquelle l'uranium réduit la silice. Dans ces conditions, le gradient de température utilisable dans le four pour former des cristaux uniques d'uranium alpha peut être réglé entre 20 °C/cm et 40 °C/cm (Fig. 5). Nous avons utilisé un gradient de température assez faible car les cristaux obtenus sont d'autant moins parfaits que le gradient de température est plus fort (Lehr 1955).

Nous avons remarqué que la préparation par changement de phase de cristaux uniques d'uranium alpha est plus facile que celle de cristaux de fer alpha. Nous donnerons l'explication de ce phénomène au chapitre II, paragraphe VI.

Nous avons utilisé de l'uranium d'origine américaine, élaboré au Laboratoire d'Argonne, qui nous a été fourni par le Commissariat à l'Energie Atomique et dont l'analyse en parties par million est la suivante :

TABLEAU I

Al	Cu	Fe	Mg	Na	Si	C	O	N
5	1	2	1	10	20	37	6	10

CHAPITRE II

RÉGÉNÉRATION DE CRISTAUX UNIQUES DE FER ALPHA
ET D'URANIUM ALPHA PAR CONSERVATION DE GERMES
AU COURS DES DOUBLES TRANSFORMATIONS ALLOTROPIQUES
ALPHA $\rightarrow$ GAMMA $\rightarrow$ ALPHA DU FER
ET ALPHA $\rightarrow$ BETA $\rightarrow$ ALPHA DE L'URANIUM

I. — Description générale du phénomène de régénération

Lorsqu'un cristal de fer alpha ou d'uranium alpha, contenant des traces d'impuretés est chauffé un peu au-delà de son point de transformation, il possède la propriété d'être régénéré dans son orientation primitive au cours du refroidissement. Par contre, si l'on chauffe le cristal à une température beaucoup plus élevée, on obtient, au refroidissement, un agrégat polycristallin (Donzé et Faivre 1957, 1958).

La régénération s'effectue quelle que soit l'orientation du cristal unique initial. La Figure 6 donne les orientations de cristaux uniques de fer alpha et d'uranium alpha qui ont tous été régénérés. Cette orientation a été déterminée par rayons X au moyen de la méthode de Laue en retour.

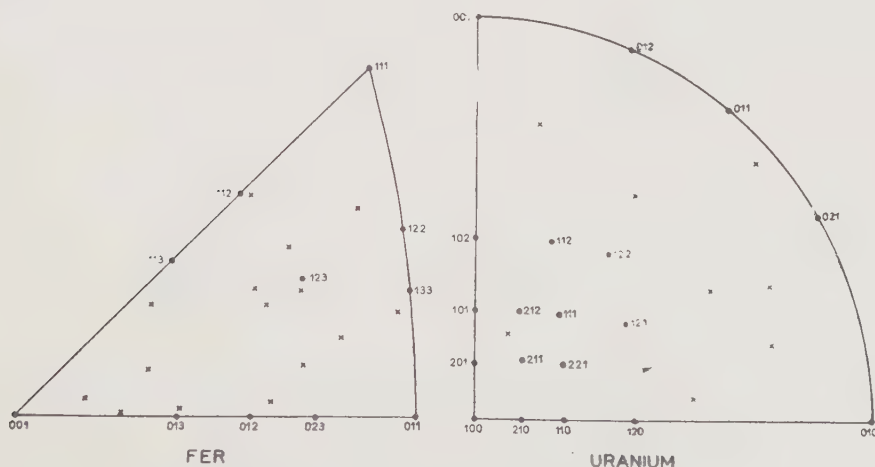


Figure 6 : Orientation de l'axe longitudinal des cristaux uniques de fer alpha et d'uranium alpha qui ont été régénérés (projection stéréographique).

II. — Mise en évidence du phénomène de régénération

L'orientation des cristaux uniques de fer alpha et d'uranium alpha est déterminée avant et après transformation par la méthode de Laue en retour : on compare ensuite les clichés obtenus pour voir si le cristal unique a été régénéré dans son orientation initiale (Fig. 9).

Dans le cas de l'uranium, on dispose d'une méthode supplémentaire : l'uranium alpha possède des coefficients de dilatation linéaire thermique qui varient beaucoup avec la direction (Lehr et Langeron 1955). Un cristal unique a un coefficient de dilatation longitudinal bien défini. Lorsqu'il se morcelle en plusieurs cristaux d'orientations différentes, son coefficient de dilatation est profondément modifié et la courbe dilatométrique subit un important changement de pente. La Figure 7 représente les courbes dilatométriques obtenues sur le même cristal qui, dans une première expérience, a été régénéré en dépassant la température de fin de transformation de 10 °C (Fig. 7 A) puis, dans une seconde expérience, morcelé après un chauffage à 750 °C en phase bêta (Fig. 7 B). Cette méthode a l'avantage d'être beaucoup moins sensible aux faibles désorientations que la méthode de Laue et de permettre de suivre le phénomène de régénération pour des surchauffes plus grandes.

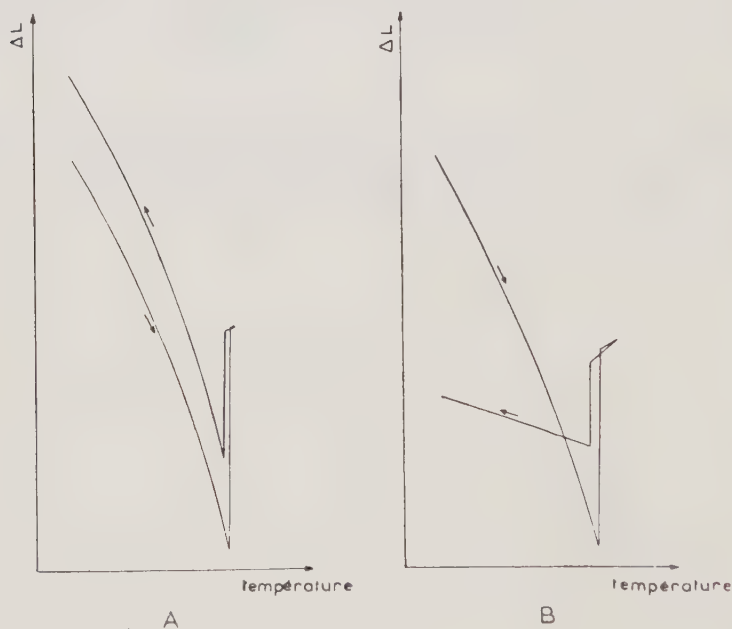


Figure 7 : Courbes d'analyse thermodilatométrique différentielle effectuées sur le même cristal d'uranium alpha .

- A. — Régénéré après surchauffe de 10°C : le coefficient de dilatation de l'éprouvette est le même au chauffage et au refroidissement.
B. — Morcelé après surchauffe de 80 °C : le coefficient de dilatation de l'éprouvette est très différent au chauffage et au refroidissement.

III. — Influence des impuretés

Le phénomène de régénération n'apparaît que lorsque le métal contient des traces d'impuretés.

1° Cas du fer :

Les cristaux uniques obtenus à partir de fer ex-carbonyle fondu sous vide sont régénérés si l'on a soin de ne pas dépasser la température de fin de transformation de plus de 6 °C. Les cristaux uniques de fer électrolytique Talbot-Chaudron ne sont pas régénérés. Par contre, le domaine de maintien de la régénération est de 2 °C lorsqu'on ajoute au fer électrolytique des traces d'azote (moins de 20 ppm) et de 3 °C lorsqu'on introduit des traces de carbone (moins de 50 ppm).

Le fer est nitruré par de l'ammoniac à 650 °C sous une pression d'une atmosphère pendant trente minutes. Il est carburé par de l'acétylène à 600 °C sous une pression d'une atmosphère pendant trente minutes également. Dans les deux cas, il se forme à la surface du cristal une couche très fine polycristalline. Cette couche doit être formée de carbures et de nitrures puisque nous opérons en dessous de la température du palier eutectoïde. Les cristaux uniques sont soumis à une dissolution électrolytique, qui élimine cette couche polycristalline, puis à un recuit d'un jour à 850 °C qui permet à l'azote ou au carbone de diffuser dans le métal.

2° Cas de l'uranium :

Nous avons déterminé le domaine de maintien de la régénération pour l'uranium de départ, puis pour ce même métal carburé à 600 °C dans l'acétylène sous une pression d'une atmosphère pendant une heure. On a soin de traverser rapidement le domaine de stabilité de l'hydruure d'uranium (250 °C à 400 °C environ, Newton 1943, Mac Wood et Altman 1944) tant au chauffage qu'au refroidissement.

L'éprouvette est ensuite soumise à un recuit sous vide d'un jour à 650 °C. Ce recuit produit un dégazage du métal si bien que la teneur en hydrogène atteint au maximum 0,6 ppm. Ce traitement est répété à plusieurs reprises dans le but d'obtenir des teneurs en carbone croissantes. Avant d'étudier les éprouvettes obtenues, la couche superficielle de carbure d'uranium est éliminée par électrolyse.

Le tableau 2 montre qu'il y a une relation très nette entre la teneur en carbone de l'uranium et l'étendue de son domaine de régénération.

TABLEAU II

Echantillons	Teneur en carbone (ppm)	Domaine de régénération (°C)
Uranium initial.....	37	2
Après un traitement (acétylène).	60	6
Après deux traitements	130	10
Après trois traitements	150	14

Les analyses de carbone et d'hydrogène dans l'uranium ont été effectuées par le Commissariat à l'Energie Atomique que nous remercions vivement.

IV. — Etude de la texture du fer gamma

La texture de la phase gamma du fer qui s'est formée pendant l'expérience dilatométrique est saisie à l'aide d'une mince pellicule d'oxyde épitaxique qui se conserve au cours du refroidissement (voir chapitre I - I). Nous avons toujours obtenu un agrégat polycristallin en phase gamma (Fig. 8).

Cet agrégat est formé de cristaux toujours très maclés : la direction des traces des plans de contact des macles varie d'un cristal à l'autre.

Après l'expérience, on met à jour le cristal unique régénéré en dissolvant la couche d'oxyde par un léger polissage électrolytique.

Cette technique n'a pas pu être réalisée pour l'uranium (voir chapitre I - I).

V. — Etude de la texture des cristaux régénérés

Dans le cas du fer, le diagramme de Laue montre de façon très nette que les cristaux régénérés sont moins parfaits que les cristaux primitifs. Les taches de Laue sont déformées et composées de plusieurs taches élémentaires dont la dis-

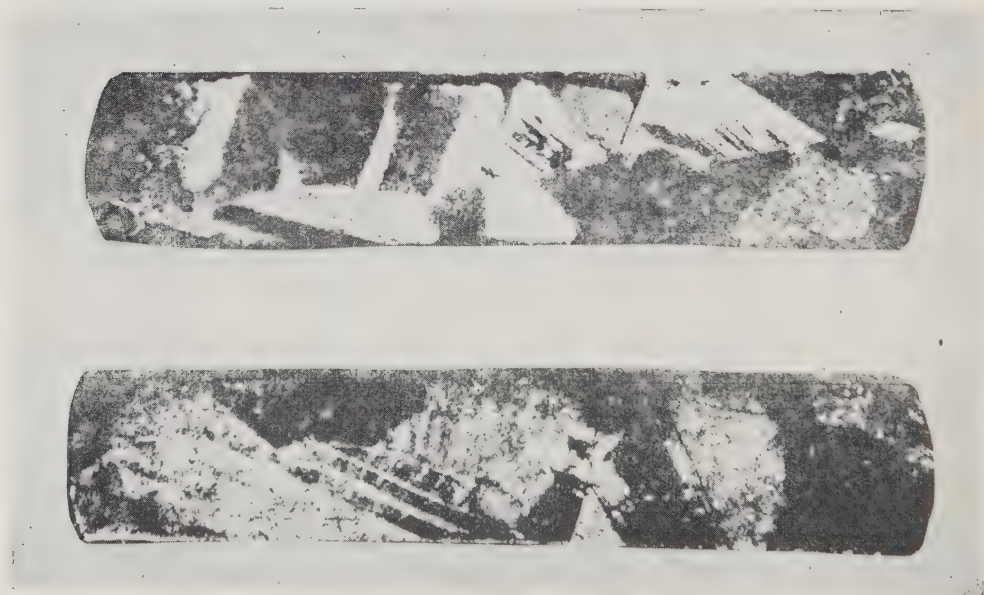


Figure 8 : Photographie de la pellicule d'oxyde épitaxique formée sur les cristaux de fer gamma ($\times 8$).

persion définit le degré d'imperfection du cristal (Fig. 9). Ces imperfections sont d'autant plus grandes que :

- 1° La température atteinte en phase gamma est plus élevée.
- 2° L'expérience est répétée un plus grand nombre de fois sur le même cristal.
- 3° Le point de transformation est passé plus rapidement aussi bien au chauffage qu'au refroidissement.

L'étendue maximum des taches de Laue obtenues sur un cristal régénéré correspond à une désorientation de 2 °C. Aucune loi générale ne semble régir le sens de ces désorientations. L'étude micrographique des cristaux régénérés con-

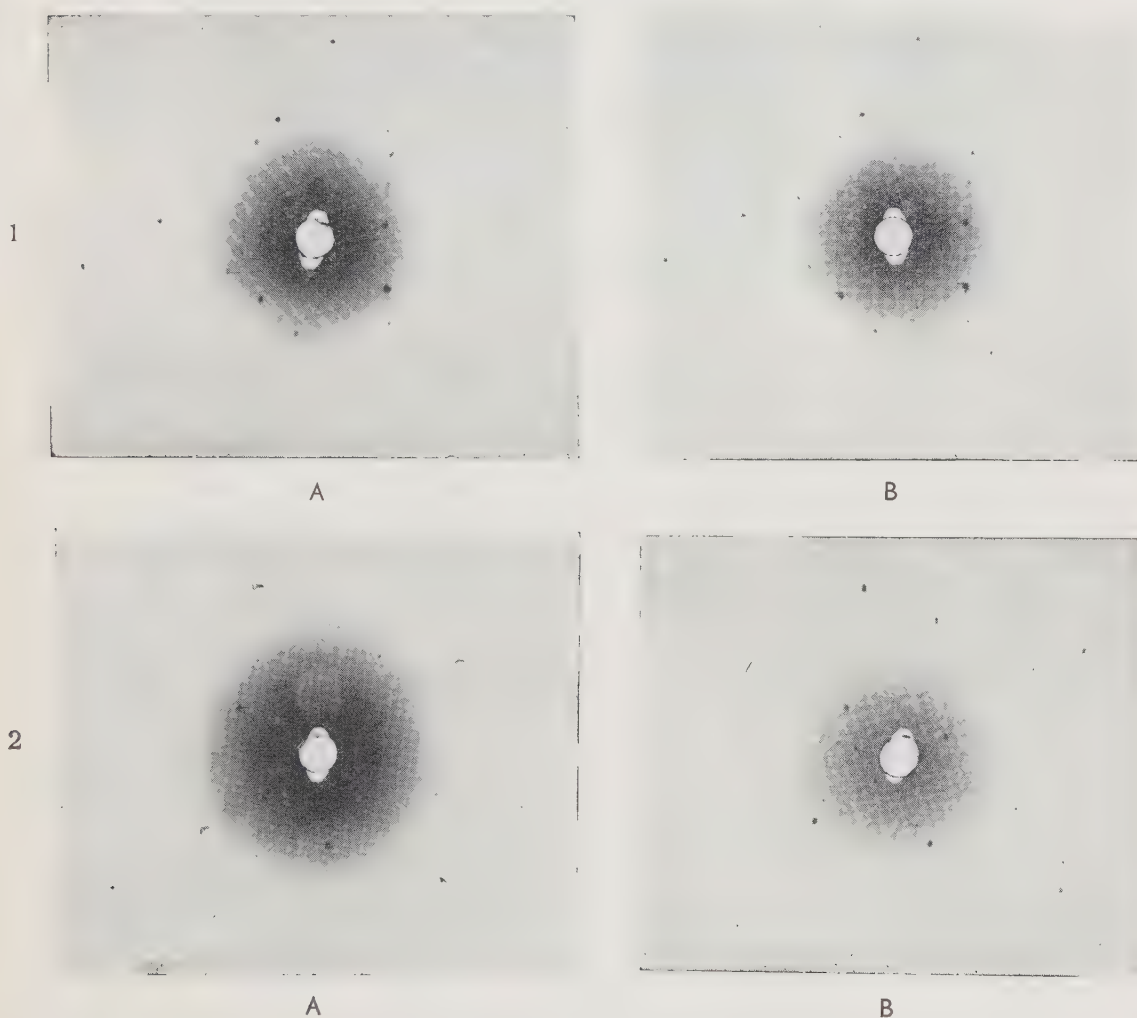


Figure 9 : Clichés de Laue en retour de cristaux uniques de fer alpha :

- A. — Clichés effectués sur les cristaux uniques initiaux.
 B. — Clichés effectués sur les cristaux uniques régénérés.

1. — Vitesse de chauffages 2 °C/h, vitesse de refroidissement 2 °C/h.
2. — Vitesse de chauffage 4 °C/h, vitesse de refroidissement 500 °C/h.

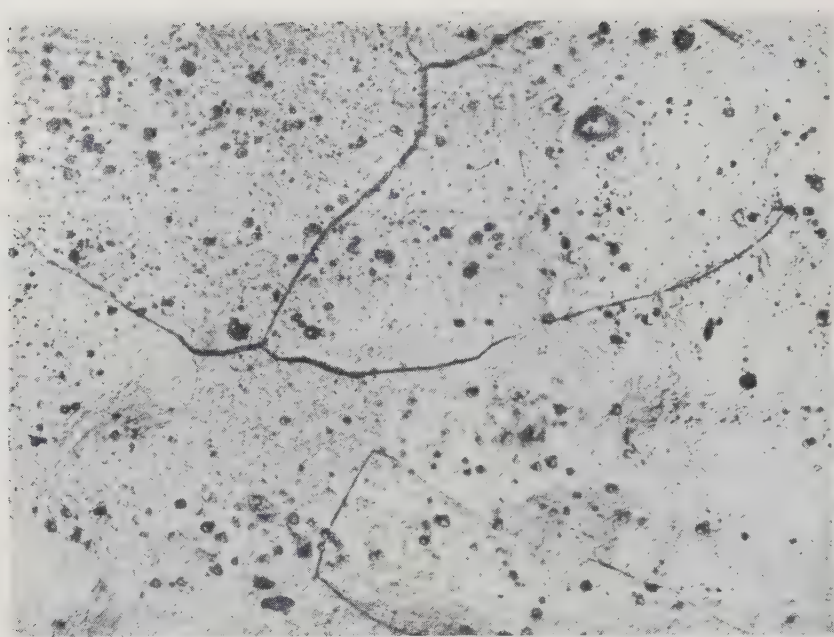


Figure 10 : Micrographie d'un cristal de fer alpha polygonisé par la régénération ($\times 150$). Attaque au picral de 3 heures.

firme qu'ils sont formés de sous-blocs faiblement désorientés les uns par rapport aux autres (Fig. 10). Ces imperfections des cristaux régénérés sont dues aux déformations plastiques qui accompagnent la transformation allotropique $\alpha \rightleftharpoons \gamma$ du fer (Lehr 1956 *b*, 1957 *a*).

Lorsqu'on augmente le degré de surchauffe de l'éprouvette en phase gamma, le phénomène de régénération ne disparaît pas brusquement. A partir d'une surchauffe de 5°C au-dessous de la température de fin de transformation, on voit apparaître dans le cristal de fer alpha régénéré, de petits cristaux en position de macles [111]. Pour des degrés de surchauffe légèrement supérieurs à 6°C , l'éprouvette devient polycristalline : elle est formée de cristaux assez gros dont certains ont l'orientation du cristal unique. Lorsque la surchauffe est très élevée, la désorientation est complète.

Nous n'avons pas pu faire une étude analogue sur l'uranium car, pour ce métal, nous n'avons utilisé que des cristaux préparés par changement de phase dont la texture est très imparfaite. On observe cependant que, lorsque la température atteinte par l'éprouvette en phase bêta augmente, le cristal régénéré est de plus en plus imparfait. Le diagramme de Laue se déforme peu à peu et devient indéchiffrable bien que le coefficient de dilatation de l'éprouvette n'ait pratiquement pas varié. Ce dernier fait prouve que l'on obtient un cristal très imparfait mais dont l'orientation moyenne est identique à celle du cristal unique initial.

VI. — Etude cinétique

L'étude cinétique des transformations allotropiques du fer et de l'uranium a été effectuée à l'aide d'un dilatomètre Chèvenard muni d'une tête de microdilatomètre, à déplacements verticaux, ayant un taux d'amplification de 1200, ce

qui nous a permis d'utiliser des cristaux uniques de faible longueur (12 à 15 mm). Le châssis du chariot a été remplacé par un cylindre enregistreur mû par un moteur synchro. Les diagrammes ainsi obtenus sont reproduits sur les Figures 11 et 12.

1° Cas du fer :

La transformation gamma $\rightarrow$ alpha du fer (refroidissement) s'effectue dans des conditions très différentes selon que le cristal est régénéré ou morcelé. La Figure 11 représente les courbes d'analyse thermodilatométrique tracées au cours du refroidissement sur un cristal régénéré (A) et sur un cristal morcelé (B). La température du début de transformation est plus élevée de 1 °C lorsqu'il y a régénération : dans ce cas, la transformation s'effectue à une température plus voisine de la température d'équilibre ; d'autre part elle est plus lente.

Les cristaux uniques de fer alpha sont régénérés quelle que soit la vitesse de chauffage ou de refroidissement, tout au moins dans le domaine des vitesses réalisables avec notre appareil. Au chauffage, la vitesse maximum de passage du point de transformation est limitée à 20 °C/h, car il ne faut pas dépasser le domaine de régénération ; cette vitesse maximum est obtenue en mettant en position de chauffage le four qui a été préalablement réglé à la température maximum que l'on désire atteindre. Au refroidissement, on obtient une vitesse maximum de refroidissement de 500 °C/h lors du passage au point de transformation en retirant rapidement le four et en laissant l'enceinte du dilatomètre se refroidir à l'air.

2° Cas de l'uranium :

Les phénomènes observés dans le cas du fer se retrouvent, considérablement amplifiés, dans le cas de l'uranium. Sur le graphique de la Figure 13, nous avons porté en abscisses les températures de transformation et en ordonnées le logarithme népérien de la vitesse de transformation pour trois valeurs de la teneur en carbone et pour différents degrés de surchauffe en phase bêta. Chacune des trois courbes peut se décomposer en trois parties :

a) Au voisinage de la température d'équilibre de la transformation, les points expérimentaux se placent sur une droite d'équation :

$$\text{Log } v = 0,57 t + 380.$$

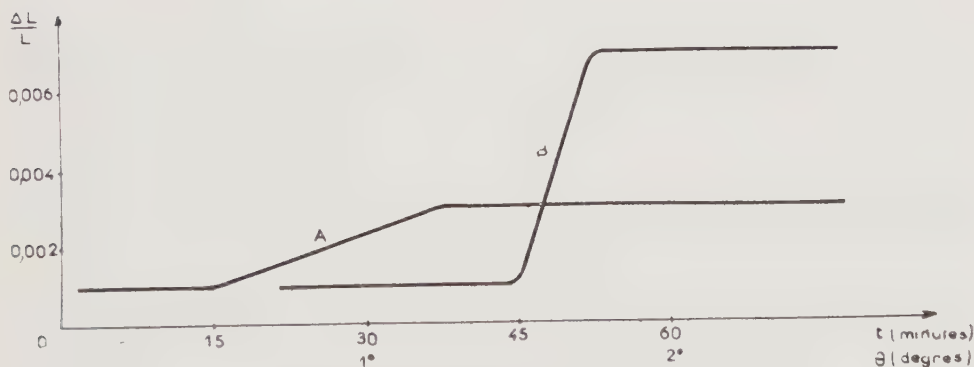


Figure 11 : Courbes d'analyse thermodilatométrique tracées au cours du refroidissement :

A. — Sur un cristal de fer alpha régénéré.

B. — Sur un cristal morcelé
vitesse de refroidissement 2° C h.

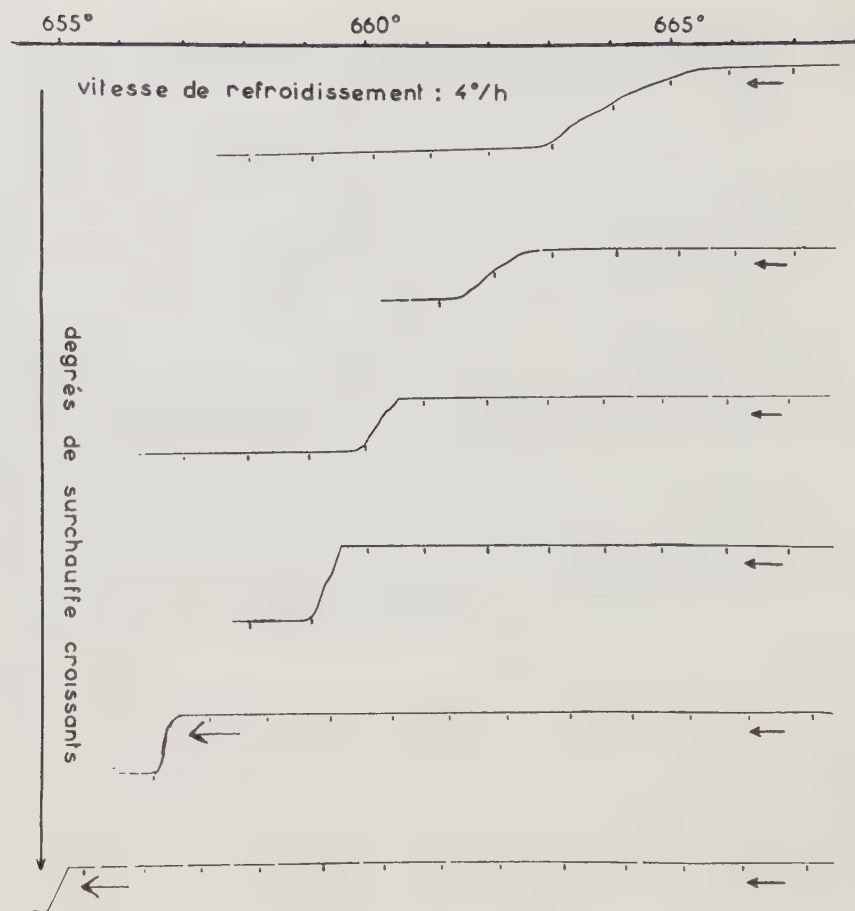


Figure 12 : Courbes expérimentales d'analyse thermodilatométrique obtenues avec de l'uranium contenant des traces de carbone. La transformation bêta $\rightarrow$ alpha de l'uranium s'effectue à une température plus basse et à une vitesse plus grande lorsque le degré de surchauffe en phase bêta croît.

La vitesse de transformation croît donc exponentiellement, quand la température diminue suivant l'expression :

$$v = \exp. (-0,57 t + 380).$$

Les expériences qui correspondent à cette partie rectiligne des courbes conduisent d'après les diagrammes de Laue en retour, à la régénération des cristaux uniques.

b) A une température plus basse, la variation de la vitesse de transformation ne suit plus de loi bien définie. Cette vitesse est moins grande que celle qui, à la même température, satisferait à la loi exponentielle. Le diagramme de Laue devient indéchiffrable, mais le coefficient de dilatation de l'éprouvette reste identique à celui du cristal unique initial : on obtient un cristal régénéré mais très imparfait.

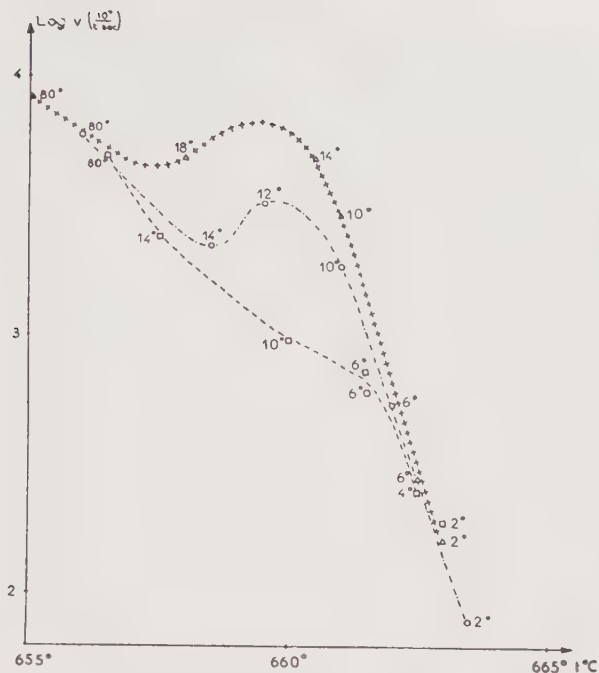


Figure 13 : Influence de la teneur en carbone et du degré de surchauffe en phase bêta sur la température de transformation bêta $\rightarrow$ alpha de l'uranium.

□ 60 p.p.m. de carbone

○ 130 p.p.m. de carbone

△ 150 p.p.m. de carbone

Le degré de surchauffe est indiqué à côté de chaque point expérimental (vitesse de refroidissement 4°C/h).

c) Le dernier point de chacune des courbes correspond à des cristaux morcelés au refroidissement après avoir été chauffés à 80°C au-dessus du point de transformation.

Lorsque le degré de surchauffe croît, on passe insensiblement du cristal parfaitement régénéré à l'agrégat polycristallin.

Les cristaux uniques d'uranium alpha comme ceux de fer, sont régénérés quelle que soit la vitesse de chauffage ou de refroidissement comprise entre les limites que nous avons indiquées à propos du fer.

La Figure 7 met en évidence une très grande différence d'hystérésis de transformation pour un cristal d'uranium régénéré (Fig. 7 A) et pour un cristal morcelé (7 B). Les expériences représentées sur la figure 13 permettent de mesurer de façon plus précise cette hystérésis qui varie de 9°C (de 8°C à 17°C). Dans le cas du fer nous avons observé une variation d'hystérésis de 1°C seulement. La variation de l'hystérésis de transformation de l'uranium est supérieure à la moitié de l'hystérésis totale. La Figure 14 montre que cette dissymétrie de l'hystérésis correspond effectivement à une importante dissymétrie de la vitesse de transformation et de ses variations avec la température : dans le cas de la germination spontanée, la

vitesse de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ est à peu près cinq fois plus grande que celle de la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ aux températures auxquelles la germination se produit facilement.

Cette dissymétrie nous interdit de déterminer, à partir des seules données cinétiques, la véritable température d'équilibre entre les phases α et β .

La grande variation d'hystérésis dans la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ de l'uranium explique pourquoi il est plus facile de préparer, par changement de phase, des cristaux uniques d'uranium que des cristaux uniques de fer : la formation, par germination spontanée, de germes d'orientations quelconques qui viendraient perturber la croissance d'un cristal unique exigerait une fluctuation de température de 9 °C dans le cas de l'uranium et de 1 °C seulement dans le cas du fer.

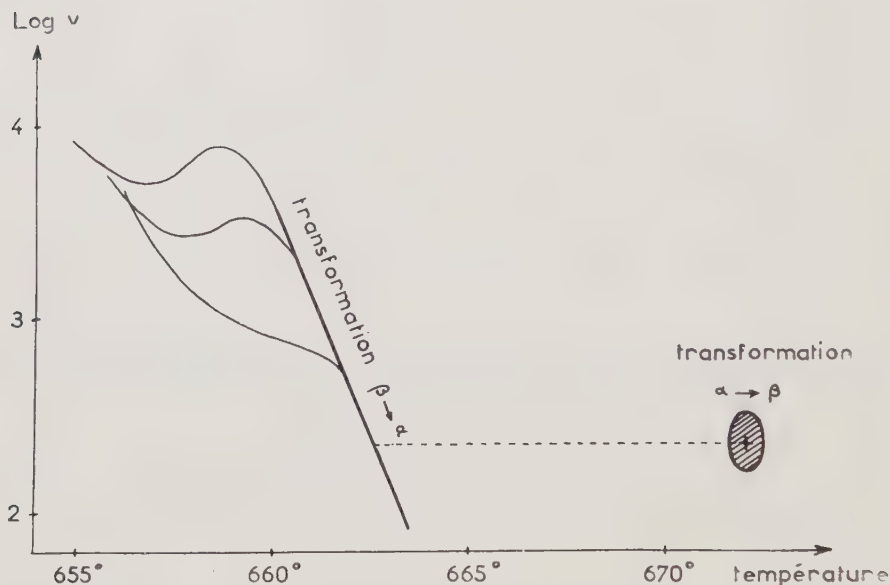


Figure 14 : Comparaison de la cinétique de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ à celle de la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ de l'uranium.

VII. — Etude dilatométrique

1° Cas du fer :

Pour un cristal régénéré, l'amplitude de l'anomalie dilatométrique est sensiblement la même au chauffage et au refroidissement. Lorsque le cristal se morcelle, après transformation, cette amplitude est beaucoup plus grande au refroidissement qu'au chauffage (Fig. 15). La réversibilité de l'anomalie dilatométrique, dans le cas de régénération, et son irréversibilité dans le cas où le cristal est morcelé montrent que son amplitude dépend de l'orientation relative des réseaux de fer α et de fer γ . Les variations importantes de l'amplitude de l'anomalie dilatométrique constatées par de nombreux auteurs (Austin et Pierce, 1934 ; Wells, Ackley et Mehl, 1936 ; Lehr, 1956 a) sont dues à deux causes : un effet d'anisotropie et un effet des déformations plastiques qui accompagnent la transformation, mis en évidence par Lehr (1956 B, 1957 a). Rappelons que nos expé-

riences sont effectuées dans des conditions très différentes de celles de Lehr (1956 *a*) qui étudiait un agrégat polycristallin dans un four réalisant un important gradient de température dans l'échantillon. Nos éprouvettes monocristallines, d'une longueur de 12 à 15 mm, sont placées dans un four ordinaire et ont une température pratiquement uniforme.

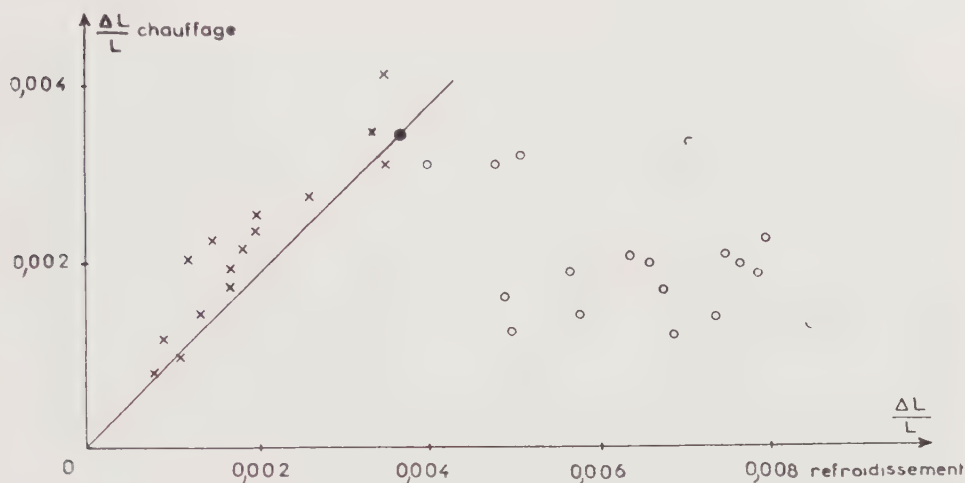


Figure 15 : Comparaison des amplitudes de l'anomalie dilatométrique au chauffage et au refroidissement pour des cristaux uniques de fer alpha préparés à partir de fer ex-carbonyle par la méthode d'Edwards et Pfeil.

- X le cristal unique de fer alpha est régénéré,
- O le cristal unique de fer alpha est morcelé après refroidissement,
- amplitude de l'anomalie moyenne calculée à partir des données structurales.

$$\frac{\Delta L}{L} = \frac{1}{3} \frac{\Delta V}{V} = 0,00354 \text{ (Basinski, Hume-Rothery et Sutton 1955).}$$

2° Cas de l'uranium :

La réversibilité de l'amplitude de l'anomalie dilatométrique, constatée sur le fer dans le cas de la régénération, ne se retrouve pas dans le cas de l'uranium (Fig. 7). Au cours de son séjour en phase bêta, le métal recristallise de telle sorte que l'état final de la transformation alpha $\rightarrow$ bêta est différent de l'état initial de la transformation bêta $\rightarrow$ alpha.

VIII. — Etude des agrégats polycristallins

Nous avons mis en évidence le phénomène de régénération dans le cas des agrégats polycristallins de fer alpha et d'uranium alpha.

Nous avons constaté que l'on obtient toujours des grains assez gros (quelques millimètres) quelles que soient la finesse des grains de l'agrégat initial et les conditions de l'expérience. Cette texture grossière est due au déplacement des joints de grains qui se produit au cours du séjour dans le haut du domaine alpha au

refroidissement. Nous avons utilisé des agrégats formés de cristaux suffisamment gros pour qu'ils soient repérables par macographie et que leur orientation puisse être déterminée par la méthode de Laue en retour.

Afin d'éliminer la recristallisation au chauffage dans le haut du domaine alpha, nous avons effectué un recuit préalable d'un jour à 880 °C pour le fer et à 650 °C pour l'uranium. Les éprouvettes ainsi obtenues avaient des contours de grains stables dans le domaine alpha.

Les clichés de Laue en retour montrent que les cristaux constituant l'agrégat polycristallin sont régénérés individuellement dans leur orientation primitive. Cependant leurs contours sont profondément modifiés. La Figure 16 A représente l'agrégat polycristallin de fer alpha initial formé de trois gros cristaux dont deux sont en position de macle [111]. La Figure 16 B montre que les cristaux formant l'agrégat de fer gamma, révélés par une pellicule d'oxyde épitaxique, occupent une position tout à fait indépendante des anciens joints des cristaux de fer alpha. La Figure 16 C représente l'éprouvette de fer alpha refroidie après chauffage à une température supérieure de 4 °C à la température de fin de transformation alpha $\rightarrow$ gamma ; les rayons X montrent que l'orientation des cristaux formant cet agrégat est la même que dans l'éprouvette initiale. Cependant les contours de grains ont été considérablement modifiés. En particulier, un des éléments de la macle a presque entièrement disparu : les fines lamelles rectilignes de ce cristal ont été remplacées par un grain de forme quelconque ; par contre, une petite lamelle rectiligne parallèle à la direction des lamelles initiales s'est formée à un endroit où il n'y avait qu'un cristal uniforme au départ.



Figure 16 : Régénération d'une éprouvette polycristalline de fer alpha :

- A. — Eprouvette initiale.
- B. — Pellicule d'oxyde épitaxique formée en phase gamma.
- C. — Eprouvette obtenue après transformation.

Les contours de grains des éprouvettes d'uranium régénérées se déplacent beaucoup plus que ceux du fer : il devient impossible de reconnaître par macrographie une éprouvette après son passage du point de transformation. Cependant, la comparaison des clichés de Laue faits avant et après la transformation montre que les cristaux ont été régénérés.

IX. — *Interprétation des résultats*

Nous expliquons l'ensemble des faits expérimentaux en admettant que des germes de la phase alpha se conservent soit dans la phase gamma du fer soit dans la phase bêta de l'uranium, à condition que la température du métal reste inférieure à la température limite de régénération. Cette interprétation repose sur les faits suivants :

1° Dans le cas du fer, nous avons pu montrer que l'état gamma est polycristallin. Le fait que le cristal alpha primitif est régénéré malgré la texture polycristalline de la phase gamma implique un souvenir de l'état alpha dans chacun des cristaux constituant l'agrégat de fer gamma.

2° La température du début de transformation au refroidissement est plus élevée lorsqu'il y a régénération. Ce phénomène est beaucoup plus net dans le cas de l'uranium que dans celui du fer. La transformation s'effectue à une température plus voisine de la température d'équilibre, ce qui implique la préexistence de germes.

3° Le processus de régénération par conservation de germes explique aisément les résultats de l'étude cinétique représentés dans le cas de l'uranium par les courbes de la Figure 13. Les cristaux dont la transformation obéit à la loi exponentielle de variations de la vitesse en fonction de la température (partie linéaire des courbes de la Figure 13) renferment un grand nombre de germes conservés : la vitesse est d'autant plus grande que l'on s'écarte plus de la température d'équilibre. Pour les cristaux qui se transforment à plus basse température la valeur de la vitesse de transformation est inférieure à celle qui, à la même température, satisferait à la loi exponentielle : le nombre de germes conservés diminue, ce qui explique que le cristal soit imparfaitement régénéré. Dans le cas du fer, nous avons mis en évidence la formation de macles [111] ce qui confirme que le nombre de germes conservés est faible puisque la transformation ne s'amorce qu'à partir de points relativement éloignés les uns des autres (voir chapitre III).

La stabilité des germes conservés est très grande. Dans toutes nos expériences, nous avons maintenu les éprouvettes pendant une heure au-dessus du point de transformation car nous avons constaté qu'au delà de cette durée, le phénomène n'évoluait plus. Certaines expériences ont été faites avec un maintien de 24 heures au-dessus du point de transformation.

X. — *Conclusion*

Le phénomène de régénération d'un cristal unique par conservation de germes, mis en évidence sur deux métaux apparemment aussi différents que le fer et l'uranium ne semble pas présenter les caractères d'un phénomène particulier à ces deux métaux.

Le quartz présente un effet de « mémoire » qui n'a pas été expliqué. Frondel (1945), Armstrong (1946) et Zinserling (1941-1953) ont montré qu'un cristal maclé de quartz était régénéré après la double transformation $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$. Les macles sont identiques dans le cristal initial et dans le cristal régénéré. La régénération du cristal maclé de quartz α n'a jamais été observée sur du quartz très pur, mais seulement sur du quartz « enfumé » capable d'être coloré par les rayons X.

Le phénomène de « mémoire » est un phénomène général dans les transformations du type martensitique (Cohen 1951, Bibring et Sébilleau 1957). Cet effet de « mémoire » dans les transformations martensitiques est expliqué par une réversibilité dans la direction des cisaillements donnant naissance aux aiguilles martensitiques.

L'effet de régénération que nous avons décrit est d'une nature tout à fait différente. Il s'agit d'une conservation de germes dans la phase de haute température. Ces germes disparaissent lorsque le degré de surchauffe est trop important. Le phénomène de régénération se produit dans des transformations par germination et croissance. Le mécanisme par germination et croissance des transformations du fer et de l'uranium, aux vitesses lentes de chauffage et de refroidissement, est prouvé par la possibilité de préparer des cristaux uniques par changement de phase (Lehr 1957 *b*). D'autre part, l'étude cinétique de ces transformations montre qu'elles sont isothermes. Dans le cas du fer, nous avons pu montrer qu'il n'existe pas de relation d'orientation entre les phases α et γ (Chap. III).

CHAPITRE III

MACLES DE TRANSFORMATION DU FER GAMMA ET DU FER ALPHA

I. *Macles de fer gamma*

La transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ du fer forme en phase gamma un grand nombre de macles qui peuvent être révélées par une couche d'oxyde épitaxique (Fig. 17). La direction de leurs plans de contact peut être déterminée par la méthode des deux faces perpendiculaires lorsque ces macles sont visibles sur deux faces adjacentes d'une éprouvette de section carrée.

La possibilité de préparer des cristaux uniques de fer alpha par la méthode de changement de phase prouve qu'il n'existe pas de relation d'orientation stricte

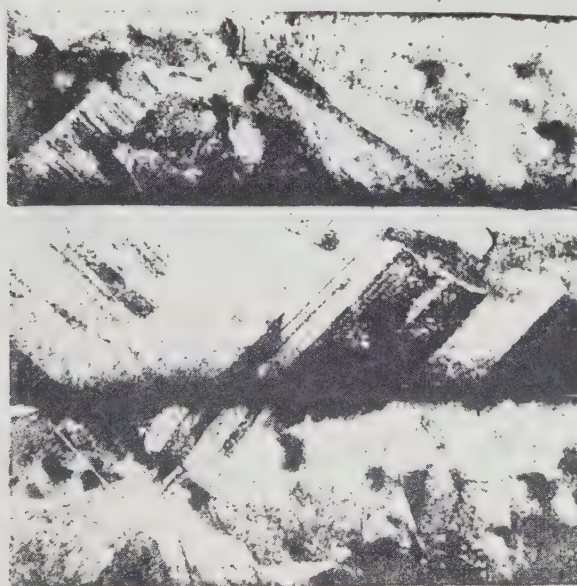


Figure 17 : Macles de fer gamma révélées par une pellicule d'oxyde épitaxique sur trois faces adjacentes d'une même éprouvette.

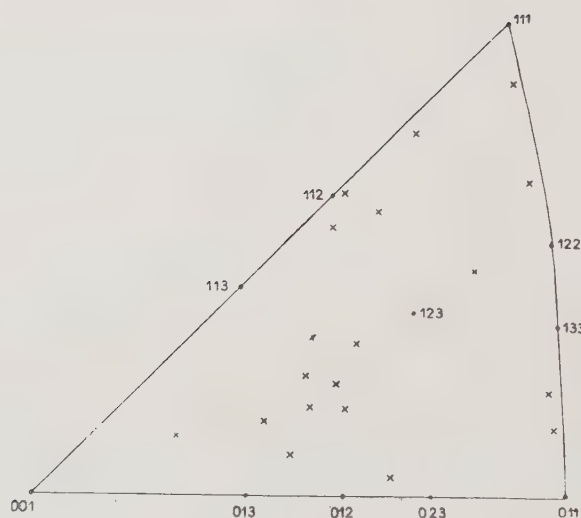


Figure 18 : Orientation des pôles des plans de contact (111) des macles de fer gamma par rapport au cristal unique de fer alpha initial.

dans la croissance d'un cristal de fer alpha à partir de fer gamma polycristallin (Lehr 1957 *b*). Nous allons montrer qu'il n'existe pas de relation d'orientation dans la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ du fer, par l'étude des macles du fer gamma.

Les macles de fer gamma que nous avons obtenues se sont formées à partir d'un cristal unique de fer alpha. S'il existait une relation d'orientation entre la phase alpha et la phase gamma du fer, les plans de contact (111) des macles de fer gamma auraient des directions bien déterminées par rapport à l'orientation du cristal unique de fer alpha initial. Il n'en est rien comme le montre la Figure 18 sur laquelle nous avons porté des directions des plans de contact des macles du fer gamma en les rapportant aux directions cristallographiques principales du cristal unique initial de fer alpha : ces directions sont distribuées au hasard. Nous pouvons donc conclure qu'il n'existe pas de relation d'orientation au cours de la transformation allotropique $\alpha \rightarrow \gamma$ du fer.

II. — Macles de fer alpha

La transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ forme de nombreuses macles de fer alpha. Ces macles sont beaucoup plus fréquentes lorsque la transformation est effectuée dans un gradient de température. On peut distinguer deux types de macles de fer alpha : des macles par contact (Fig. 19) et des macles par pénétration (Fig. 20 et 22 B).

1° Macles par contact.

Lehr (1957 *b*) a fait une étude complète de ces macles qui sont toujours allongées dans le sens du gradient de température, leur direction de croissance étant une direction [111]. Les joints de ces macles sont très stables et ne se déplacent pas après un recuit prolongé. Ces macles se forment par une erreur d'empilement sur le plan (111), le plus voisin du front de croissance de la transformation. Rappelons

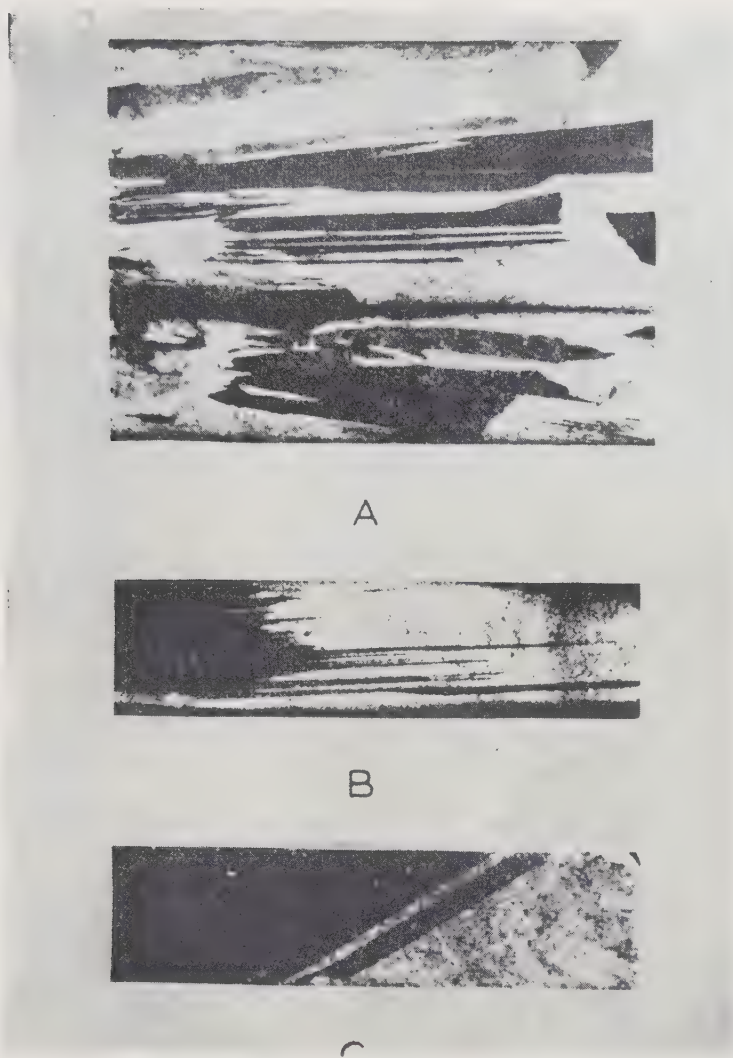


Figure 19 : Macles par contact de fer alpha.

A. — Macles formées dans un gradient de température vues sur trois faces adjacentes d'une même éprouvette de section carrée.

B. — Macles formées dans un gradient de température.

C. — Macles formées sur une éprouvette ayant une température homogène.

que nous avons vérifié la progression régulière du front de la transformation dans un gradient de température au moyen d'une pellicule d'oxyde épitaxique (Fig. 3).

2° Macles par pénétration.

Ces macles ont une surface de contact gauche, comme le serait un joint de grain ordinaire. La Figure 20 représente un curieux assemblage de cristaux. L'orien-

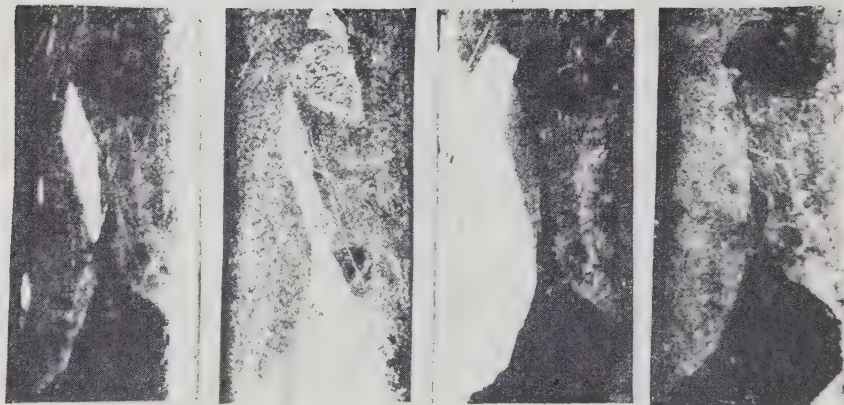


Figure 20 : Vues d'une même plage d'une éprouvette avec des éclairages d'incidences différentes (macles par pénétration).

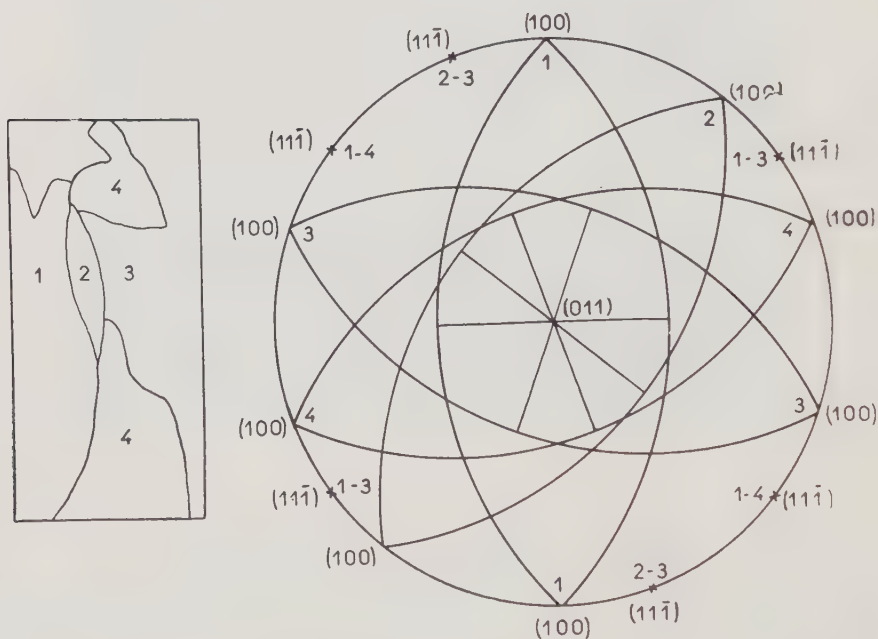


Figure 21 : Projection stéréographique des éléments cristallographiques des quatres cristaux constituant l'éprouvette de la figure 20.

tation de ces cristaux a été déterminée par la méthode de Laue en retour avec un faisceau de rayons X très fin. La projection stéréographique de la Figure 21 montre qu'il s'agit de quatre cristaux ayant un axe $[011]$ commun et qui sont deux à deux en position de macle.

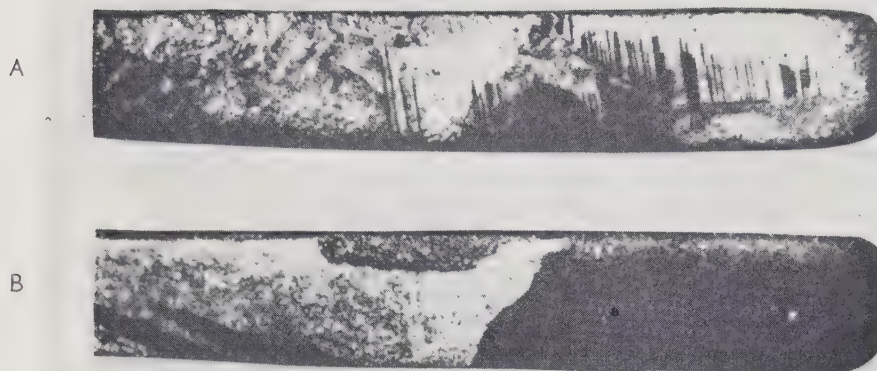


Figure 22 : Macles de fer alpha :

A. — Révélées à l'état naissant par une pellicule d'oxyde épitaxique formée au cours de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$.

B. — Obtenues après refroidissement.

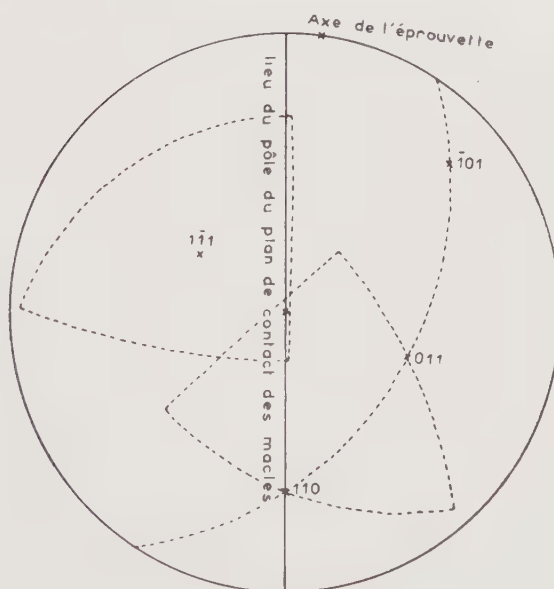


Figure 23 : Projection stéréographique des éléments cristallographiques des macles de la figure 22.

Nous avons pu démontrer que ces macles par pénétration se forment de la manière suivante : dans une première étape très brève de véritables macles par contact sont engendrées par la transformation ; dans une seconde étape, il se produit un grossissement de grains. Nous avons saisi ces macles au cours de leur formation dans un gradient de température en réalisant une pellicule d'oxyde épitaxique à la surface de l'éprouvette au cours de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ (Fig. 22 A).

Cette pellicule révèle en effet des macles fines et serrées dont le plan de contact est sensiblement parallèle au front de croissance de la transformation. Une attaque au nital qui, en dissolvant la pellicule d'oxyde, révèle la structure finale du métal, montre que ces macles se sont transformées au cours du refroidissement lent de l'éprouvette en une macle par pénétration dont les éléments grossiers résultent du grossissement des fines lamelles initiales (Fig. 22 B). La trace du plan de contact de ces lamelles n'est visible que sur une face de l'éprouvette. Nous avons porté sur la Figure 23 le lieu du pôle de ce plan de contact. Parmi les pôles de tous les éléments cristallographiques communs aux deux gros cristaux maclés, seul le pôle du plan (110) vient se placer sur ce lieu. Le pôle de ce plan de contact est assez voisin de l'axe de l'éprouvette : ce plan est donc sensiblement parallèle au front de propagation de la transformation.

CONCLUSIONS

1° Au cours de ce travail, nous avons observé et étudié un curieux phénomène de régénération d'un cristal unique de fer alpha ou d'uranium alpha au cours de la double transformation $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ du fer ou de la double transformation $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ de l'uranium. Nous avons montré que ce phénomène ne se produit pas dans le cas des métaux très purs mais seulement lorsque le métal renferme des traces d'impuretés notamment du carbone. Le cristal unique n'est régénéré que si l'on a soin de ne pas dépasser de plus de quelques degrés la température de fin de transformation. On retrouve ce phénomène dans les agrégats polycristallins : les orientations des cristaux constitutifs de l'agrégat sont conservées bien que les joints de grains subissent des déplacements considérables.

2° L'étude cinétique de la transformation au refroidissement d'une part, l'analyse de la texture de la phase gamma dans le cas du fer, de l'autre, démontrent que la régénération résulte de la conservation de germes de la phase alpha dans la phase de haute température. Ces germes paraissent relativement stables car au bout de 24 heures de séjour à la température d'expérience ils conservent leurs propriétés.

3° L'étude des macles de fer gamma engendrées par la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ nous a permis de démontrer qu'il n'existe pas de relation d'orientation dans la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ du fer pur.

4° Grâce à l'élaboration d'une pellicule d'oxyde épitaxique sur la surface du fer gamma, nous avons mis en évidence un nouveau type de macles de transformation du fer alpha qui croisent dans une direction $[110]$ et dont le plan de contact est (110) . Formées de lamelles très fines, ces macles par contact sont instables et se transforment en macles par pénétration dont chaque élément, beaucoup plus gros, provient du grossissement d'un certain nombre de lamelles.

BIBLIOGRAPHIE

- ANDRADE. — *Proc. Roy. Soc.*, London 1937, 163 (A), p. 16.
- ARMSTRONG. — *American Mineralogist*, 1946, 31, p. 456.
- AUSTIN ET PIERCE. — *Trans. A.S.M.*, 1934, 22, p. 447.
- BASINSKI — HUME-ROTHERY ET SUTTON. — *Proc. Roy. Soc.* 1955, 229 (A), p. 459.
- BERNARD ET BARDOLLE. — *Comptes-rendus* 1951, 232, p. 2.217.
- BIBRING ET SEBILLEAU. — *Comptes-rendus* 1957, 245, p. 2.265.
- CAHN. — *Acta Metallurgica* 1953, 1 p. 176.
- COHEN. — *Phase transformations in solids* (Londres) 1951, p. 620.
- DONZE ET FAIVRE. — *Comptes-rendus* 1957, 245, p. 2.277.
Comptes-rendus 1958, 246, p. 3.619.
Revue de Métallurgie (sous presse).
- EDWARDS ET PFEIL. — *J. Iron Steel Inst.* 1924, 109, p. 129.
J. Iron Steel Inst. 1925, 112, p. 79.
- FRONDEL. — *American Mineralogist* 1945, 30, p. 447.
- LEHR. — *Comptes-rendus* 1955, 241, p. 1.043.
Comptes-rendus 1956 a, 242, p. 632.
— *Comptes-rendus* 1956 b, 242, 1.172.
Comptes-rendus 1957 a, 224, p. 77.
Thèse Paris, 1957 b.
- LEHR ET LANGERON. — *Comptes-rendus* 1955, 241, p. 1.130.
- MAC KEEHAN. — *Nature* 1927, 119, p. 705.
- MAC WOOD ET ALTMAN. — *U.C.R.L.* 1944, report RL, 4.7.600.
- NEWTON. — *M.P. Ames* 1943, report CC 695.
- TALBOT, ALBERT, CARON ET CHAUDRON. — *Revue de Métallurgie* 1953, 50, p. 817.
- TALBOT. — *Thèse Paris*, 1957.
- WASSERMANN. — *Mit. Kaiser Wilhelm. Inst. Eisenforschung Düsseldorf* 1935, 17, p. 203.
- WEILS, ACKELEY ET MEHL. — *Trans. A.S.M.* 1936, 24, p. 46.
- ZINSERLING. — *C.R. Akad. Sci. U.S.S.R.* 1941, 33, p. 365-368.
Dokl. Akad. Nauk U.S.S.R. 1953, 90, p. 454.

TABLE DES MATIERES

Introduction.....	7
Chapitre premier : Appareillage et méthodes.	
I — Dilatomètre	8
II — Préparation des cristaux uniques d'uranium alpha et de fer alpha ..	10
Chapitre II : Régénération de cristaux uniques de fer alpha et d'uranium alpha par conservation de germes au cours des transformations allotropiques $\alpha \rightleftharpoons \gamma$ du fer et $\alpha \rightleftharpoons \beta$ de l'uranium.	
I — Description générale du phénomène de régénération.....	15
II — Mise en évidence de la régénération.....	16
III — Influence des impuretés.....	17
IV — Etude de la texture du fer gamma.....	18
V — Etude de la texture des cristaux régénérés	18
VI — Etude cinétique.....	22
VII — Etude dilatométrique.....	24
VIII — Régénération des agrégats polycristallins.....	25
IX — Interprétation des résultats.....	27
X — Conclusion	27
Chapitre III : Macles de transformation de fer gamma et de fer alpha.	
I — Macles de fer gamma.....	29
II — Macles de fer alpha.....	30
Conclusions.....	35

ACHEVÉ D'IMPRIMER
SUR LES PRESSES DE
L'IMPRIMERIE TYPOGRAPHIQUE
D'ÉDITION A COLOMBES
LE 31 JUILLET 1959

Dépôt légal 3^e trimestre 1959

Imprimé en France

